



УКРАЇНА

(19) UA (11) 43935 (13) U
(51) МПК
C01B 25/42 (2009.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПОДВІЙНОГО ДИФОСФАТУ НАТРІЮ-КОБАЛЬТУ (II)

1

(21) u200903150

(22) 03.04.2009

(24) 10.09.2009

(46) 10.09.2009, Бюл.№ 17, 2009 р.

(72) ЛАВРИК РУСЛАН ВОЛОДИМИРОВИЧ

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ БІОРЕСУРСІВ І ПРИРОДОКОРИСТУВАННЯ УКРАЇНИ

(57) Спосіб одержання подвійного дифосфату натрію-кобальту (II), що включає використання розплаву механічної суміші монокристалічних речовин, який **відрізняється** тим, що механічну суміш NaPO_3 та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ з відповідним мольним співвідношенням для досягнення пропорції Na_2O 1,0 моль - 2,0 моль P_2O_5 , розтирають в агатовій ступці

2

до однорідного стану, одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі 850 °С, розплав насичують при перемішуванні фторидом натрію NaF (2 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом кобальту (II) (2,5 г), витримують 2 години при температурі 900 °С, перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900 °С до 700 °С за 24 години, одержані монокристали подвійного дифосфату $\text{Na}_2\text{CoP}_2\text{O}_7$ світло-жовтого кольору відмивають розведеною соляною кислотою, промивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Корисна модель належить до хімічних сполук координаційної будови, а саме до подвійного безводного дифосфату натрію-кобальту (II) у твердому монокристалічному стані загальної формули $\text{Na}_2\text{CoP}_2\text{O}_7$.

Найбільш близьким за хімічною суттю і досягнутим результатом до корисної моделі, що передбачається, є $\text{Na}_2\text{CoP}_2\text{O}_7$ синтезований з розплавів поліфосфорних кислот, насичених оксидом кобальту. [Erragh F., Boukhari A., Elouadi B. Crystal structures of two allotropic forms of $\text{Na}_2\text{CoP}_2\text{O}_7$ // J. Kristallogr. Spectrosc. Research. - 1991. - Is. 21 - P. 321-326.]

Недоліком найближчого аналогу стосовно об'єкту, що заявляється, є неможливість одержання великих монокристалів (розмірами 2-4мм) подвійного безводного дифосфату натрію-кобальту (II) за вказаною процедурою внаслідок причини - недостатні умови для кристалізації та вирощування монокристалів великих розмірів для подальшого використання чистої індивідуальної сполуки, яка відноситься до подвійних фосфатів - неорганічних сполук з координаційною будовою та особливими електрофізичними властивостями (іонна провідність).

Корисною моделлю ставиться завдання одержати у монокристалічному стані подвійний дифосфат натрію-кобальту (II), що відноситься до координаційних солей за будовою дифосфатного

аніону.

Поставлене корисною моделлю завдання досягається тим, що у способі одержання подвійного дифосфату натрію-кобальту (II), що включає використання розплаву механічної суміші монокристалічних речовин, згідно корисній моделі механічну суміш NaPO_3 та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ з відповідним мольним співвідношенням (для досягнення пропорції Na_2O 1,0 моль - 2,0 моль P_2O_5), розтирають в агатовій ступці до однорідного стану, одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при 850°С, розплав насичують при перемішуванні фторидом натрію NaF (2г) та витримують при 850°С 1 годину, далі насичують оксидом кобальту (II) (2,5г), витримують 2 години при температурі 900°С, перемішують, і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900°С до 700°С за 24 години, одержані монокристали подвійного дифосфату $\text{Na}_2\text{CoP}_2\text{O}_7$ світло-жовтого кольору відмивають розведеною соляною кислотою, промивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Одержання монокристалічного подвійного безводного дифосфату натрію-кобальту (II), що відноситься до координаційних солей за будовою дифосфатного аніону, загальної формули $\text{Na}_2\text{CoP}_2\text{O}_7$, забезпечено кристалізацією розплаву $\text{Na}_2\text{O-P}_2\text{O}_5\text{-CoO-NaF}$.

Синтез виконують в наступному порядку. На-

(19) UA (11) 43935 (13) U

важку NaPO_3 та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (взяту для досягнення пропорції 1,0 моль Na_2O - 2,0 моль P_2O_5), перемішують в агатовій ступці до однорідного стану. Одержану механічну суміш прокалюють в платиновому тиглі при 800-850°C 1 годину. Одержаний розплав насичують фторидом натрію NaF (2г) та витримують при 850°C 1 годину, далі насичують оксидом кобальту (II) (2,5г), витримують 2 години 900°C, перемішують, і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900°C до 700°C за 24 години. Отримують монокристали подвійного дифосфату $\text{Na}_2\text{CoP}_2\text{O}_7$ - світло-жовтого кольору.

Приклад. Наважки NaPO_3 (5,3г) та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (5,98г) (взяті для досягнення пропорції 1,0 моль

Na_2O - 2,0 моль P_2O_5), перемішують в агатовій ступці до однорідного стану. Одержану механічну суміш висипають в платиновий тигль об'ємом 50мл і гомогенізують протягом 1 години при 850°C. Одержаний розплав насичують фторидом натрію NaF (2г) та витримують при 850°C 1 годину, далі насичують оксидом кобальту (II) (2,5г), витримують 2 години 900°C, перемішують, і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900°C до 700°C за 24 години. Отримують монокристали подвійного дифосфату $\text{Na}_2\text{CoP}_2\text{O}_7$ - світло-жовтого кольору.

Загальна формула синтезованої речовини встановлена за її хімічним складом (табл.).

Таблиця

Визначення хімічної формули подвійного натрію-кобальту (II)

Формула сполуки	Na_2O		CoO		P_2O_5	
	розр.	одерж.	розр.	одерж.	розр.	одерж.
$\text{Na}_2\text{CoP}_2\text{O}_7$	22,22	22,10	26,88	27,03	50,90	50,87

В одержаній за прикладом сполуці наявність $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$ аніону підтверджено шляхом 14 спектроскопії. В спектрі синтезованої сполуки добре ідентифікуються валентні симетричні та асиметричні коливання $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$ аніону у діапазоні хвильових чисел 700-1260 cm^{-1} та деформаційні коливання кристалічної ґратки в межах 420-600 cm^{-1} .

Електронні спектри дифузного відбиття синтезованої сполуки мають форму, характерну для високоспінових сполук Co^{2+} октаедричного типу. Значно інтенсивніша смуга поглинання ($\sim 20000\text{cm}^{-1}$) зумовлена переходом ${}^4\text{T}_{1g}(\text{F}) \rightarrow \text{T}_{1g}(\text{P})$, причому плече на високоенергетичній стороні смуги обумовлене забороненими по спіну переходами або спін-орбітальною взаємодією. В області 12000 cm^{-1} спостерігається слабка за інтенсивністю смуга

поглинання (плече), що теоретично обумовлено переходом ${}^4\text{T}_{1g}(\text{F}) \rightarrow {}^4\text{A}_{2g}$. Проте, цей перехід досить слабкий за інтенсивністю і рідко спостерігається в електронних спектрах сполук кобальту (II).

[Ливер Э. Электронная спектроскопия неорганических соединений. - М.: Мир, 1987.], [Волков СВ., Бурак Н.И., Бандур В.А. Координация кобальта (II) в фосфатных и хлоридных расплавах // Журн. неорг. химии. - 1987. - Т. 32. - Вып. 11. - с. 2634-2638.]

Проведені дослідження показали, що отримана сполука може використовуватись в якості неорганічної фосфатної матриці для синтезу матеріалів з особливими фізичними властивостями (іонний провідник).